

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-155071

(43)公開日 平成6年(1994)6月3日

| (51)Int.Cl. <sup>5</sup> | 識別記号    | 庁内整理番号  | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|---------|---------|-----|--------|
| B 2 3 K 35/30            | 3 1 0 C | 7362-4E |     |        |
| 1/00                     | 3 3 0 M | 8727-4E |     |        |
| 1/19                     | L       | 8727-4E |     |        |
| C 2 2 C 9/00             |         |         |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数4(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-315275

(22)出願日 平成4年(1992)11月25日

(71)出願人 000006655

新日本製鐵株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番3号

(72)発明者 佐藤 有 一

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式  
会社技術開発本部内

(72)発明者 山手 實

千葉県富津市新富20-1 新日本製鐵株式  
会社技術開発本部内

(72)発明者 飯田 宏

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新  
日本製鐵株式会社八幡製鐵所内

(74)代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 チタンメガネフレーム用ろう材およびろう付け方法

(57)【要約】

【目的】 チタンメガネフレーム等のチタンのろう付けにおいて割れ等の欠陥の発生を抑えるためのろう材およびろう付け方法を提供すること。

【構成】 Cu-Ti-Nb合金において、成分を最適化し、かつアモルファス構造とすることによって870℃以上、900℃未満でろう付けが可能となるろう材、およびろう材の成分に応じて最適なろう付け温度を算出する関係式を見出し、この式を用いてろう付け温度を設定するろう付け方法。

【効果】 ろう付け時に結晶粒が粗大化したり、針状のα相が析出してチタン割れを誘発することが防止され、これにより製造歩留が向上する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】870℃以上、900℃未満の温度で、接合強度が高ろう付けされる、下記成分からなる結晶化温度の高いアモルファスろう材であることを特徴とするチタンメガネフレーム用ろう材。

$\text{Cu}-x\text{Ti}-y\text{Nb}$ の三元系の合金

$x$  ; 20~35質量%

$y$  ; 2~10質量%

【請求項2】ろう付け後のろう付け部の引張強度が、母材であるチタンの強度以上であることを特徴とする請求

$$T=870+\{3\sqrt{(x-28)^2}+2\sqrt{(y-5)^2}\}$$

ここで、 $T$ はろう付け温度(℃)

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、チタンメガネフレームの接合に用いられる、ろう材およびチタンのろう付け方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】最近、メガネフレーム用金属素材として、チタン(チタン合金も含まれるが、以下、「チタン」と称す)が多く用いられている。このチタンメガネフレーム用のろう材としては、従来、 $\text{Ti}$ 、 $\text{Cu}$ 、 $\text{Ni}$ からなるクラッド箔が用いられている。このろう材の融点は、950℃以上の温度であるため、必然的にろう付け時には950℃以上に加熱される。

【0003】しかしながら、このような高い温度でろう付けすると、ろう付け部近傍で割れ等のトラブルが発生する。これは、チタンには900℃で $\alpha$ - $\beta$ 変態点が存在し、この温度以上に加熱されると結晶粒の粗大化が起こり、針状 $\alpha$ 相が析出するからである。このような欠陥は、チタンメガネフレームを脆くし、割れを引き起す原因となる。

【0004】一方、低融点のろう材としては、 $\text{Cu}$ 含有量が20原子%未満で融点が850℃未満の $\text{Ti}-\text{Cu}-\text{Ni}-\text{Zr}$ ろう材が提案されている(例えば、特開昭63-273592号)。しかしながら、ろう付け温度は、低すぎても、十分な接合強度は得られないものであり、実際に前述の特開昭63-273592号公報で提案されているろう材を用いて、870℃未満の温度でろう付けをしたところ、十分な接合強度は得られなかった。ろう材の構成元素がろう付け時に母材のチタン内に拡散するには、ある程度高い温度が必要である。

$$T=870+\{3\sqrt{(x-28)^2}+2\sqrt{(y-5)^2}\}$$

ここで、 $T$ はろう付け温度(℃)

【0007】以下に、本発明について詳細に説明する。本発明者等は、 $\text{Cu}-\text{Ti}-\text{Nb}$ 三元系合金において、

項1に記載のチタンメガネフレーム用ろう材。

【請求項3】結晶化温度が、410℃以上であることを特徴とする請求項1に記載のチタンメガネフレーム用ろう材。

【請求項4】 $\text{Cu}-x\text{Ti}-y\text{Nb}$ の三元系の合金であって、 $x$ の値が20~35質量%、 $y$ の値が2~10質量%であるろう材を用いてろう付けするに際して、下記の式から算出される温度でろう付けをすることを特徴とするチタンのろう付け方法。

【数1】

$$T=870+\{3\sqrt{(x-28)^2}+2\sqrt{(y-5)^2}\}$$

ここで、 $T$ はろう付け温度(℃)

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】メガネフレームなどのチタンの接合において、ろう材およびろう付け方法には上述したような問題があり、限られた温度範囲で短時間のろう付けを可能とするろう材およびろう付け方法の開発が求められていた。本発明は、メガネフレームなどのチタンの接合における、このような問題を解決するものであり、チタンの接合用として優れたろう材およびろう付け方法を提決することを目的としている。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するため、本発明は、以下の構成を要旨としている。

(1) 870℃以上、900℃未満の温度で、接合強度が高ろう付けされる、下記成分からなる結晶化温度の高いアモルファスろう材であることを特徴とするチタンメガネフレーム用ろう材。

$\text{Cu}-x\text{Ti}-y\text{Nb}$ の三元系の合金

$x$  ; 20~35質量%

$y$  ; 2~10質量%

(2) ろう付け後のろう付け部の引張強度が、母材であるチタンの強度以上であることを特徴とする、チタンメガネフレーム用ろう材。

(3) 結晶化温度が410℃以上であることを特徴とする、チタンメガネフレーム用ろう材。

(4)  $\text{Cu}-x\text{Ti}-y\text{Nb}$ の三元系の合金であって、 $x$ の値が20~35質量%、 $y$ の値が2~10質量%である、ろう材を用いてろう付けするに際して、下記の式から算出される温度でろう付けをすることを特徴とするチタンのろう付け方法。

【数2】

$$T=870+\{3\sqrt{(x-28)^2}+2\sqrt{(y-5)^2}\}$$

ここで、 $T$ はろう付け温度(℃)

$\text{Ti}$ および $\text{Nb}$ の含有量を最適化することにより、チタンが $\alpha$ - $\beta$ 変態を起こす温度より低い900℃未満の温

度でチタンのろう付けを可能とするろう材について検討を行った。その結果、Cu-Ti-Nb 3元系合金においては、TiおよびNbの量をそれぞれ20~30質量%および2~10質量%の範囲内にすれば、合金の融点が900℃未満となり、900℃未満の温度でろう付けが可能となることを知見した。

【0008】本発明は、このような知見に基づいてなされたものであり、ろう付け温度を900℃未満とすることが可能になることから、ろう付け時チタンメガネフレームにおいて結晶粒の粗大化や針状α相の析出は起こらず、従って、ろう付けによる割れの発生を抑制できるのである。そして、このろう材を用いたろう付け実験結果から、870℃以上でかつ900℃未満の温度範囲でろう付けすれば、充分な接合強度が得られる。また、ろう付け時間についても、例えば、1分程度以下の短時間であっても充分な接合強度が得られ、ろう付けの生産性からも有利である。

【0009】さらに、本発明のろう材は、アモルファス構造であることも特徴としている。アモルファス構造の合金とすることによって、粒界、双晶、積相欠陥などの成分不均一をもたらすような欠陥をなくすることが出来るので、熔融温度が均一となり、結晶質構造のろう材の場合に比べて、ろう付け温度を設定する際に融点以上の過剰の昇温、すなわち、スーパーヒートをかなり小さく抑えることが可能となる。つまり、同じ融点を持つ場合でもアモルファスろう材の方が低い温度でのろう付けを可能とするのである。本発明のろう材において、ろう付け温度を低くすることが可能になったのは、ろう材の結晶構造をアモルファス化したことにも起因している。また、ろう材の結晶構造をアモルファス構造としたことにより、熔融状態から直接、箔状のろう材にすることが容易となる。一般的に、メガネフレームに用いられるろう材は、板厚が0.1mm程度の箔状のものが用いられているので、熔融状態から直接、箔となる本発明のろう材は、製造工程上からも効果的な材料である。

【0010】本発明のアモルファスろう材を製造する方法として、例えば、単ロール法と呼ばれる急冷凝固法がある。この単ロール法は、例えば、高周波誘導溶解などにより合金を溶解し、銅などの熱伝導率の高い金属からなるロール上に噴出して、箔状の合金とする方法である。この時、ロールの表面速度は、例えば、10m/s以上で高速回転させるが、このロールの表面速度を調整

$$T=870+\{3\sqrt{(x-28)^2}+2\sqrt{(y-5)^2}\}$$

ここで、Tはろう付け温度(℃)

本発明のろう材の成分範囲であれば、この関係式を用いて最適ろう付け温度の設定が可能となり、この温度でろう付けすれば2分以下の短時間で良好なろう付けが出来るようになった。

することにより得られる箔の板厚を、例えば、0.05mm~0.2mmの範囲内で変えることができる。すなわち、ロールの表面速度と得られる箔の板厚の関係を予め実験することによって、任意の板厚の箔を得ることが出来るのである。

【0011】アモルファス合金を製造する際、ガラス化温度が高い合金ほど概してアモルファス化し易く、良好な性状の箔が得られる。一般的に、合金のガラス化温度を求めるのは困難なので通常、このガラス化温度の代わりに結晶化温度が用いられる。この結晶化温度は、DSC等の熱分析装置を用いることにより容易に測定出来る。本発明のろう材は、この結晶化温度が410℃以上とCu-Ti系の合金においては高いので、寸法精度の高い良好な箔の提供が可能となる。結晶化温度は高いほど好ましいが、Cu-Ti-Nb合金の場合、結晶化温度の上限はせいぜい500℃程度と思われる。

【0012】また、アモルファス合金を、上記の単ロール法で製造する際、板厚が大きくなるにつれて冷却速度が低下し、結晶化が起こるので、箔の製造は困難になるが、結晶化温度が高いほどアモルファス形成能が向上するので、箔の板厚が大きい場合でも製造し易くなる。本発明の結晶化温度の高いろう材は、より広い範囲の板厚からなる箔の提供も可能となる。

【0013】次に、本発明のろう材の成分について説明する。本発明のろう材の成分は、融点を900℃未満にすること(ろう付け性)、およびアモルファス化することの2点から設計した。特に、Ti含有量はアモルファス形成能の点から重要であり、Ti量が20質量%未満となるとアモルファス化することはほぼ不可能で、良好な箔は得られなくなる。また、Ti量が35質量%を越えても、薄帯は得られるが融点が高くなり好ましくない。一方、Nbについては、Nbの添加によりアモルファス形成能が向上する。最適なNb量は、2~10質量%の範囲である。Nb量が2質量%未満あるいは10質量%を越えるとその効果は認められなくなる。

【0014】次に、本発明のろう付け方法について説明する。本発明者等は、Cu-Ti-Nbろう材について各種成分のろう材を用いて数多くの接合テストを実施し、ろう付けする際の最適温度を設定するための下記の関係式を見出した。

【数3】

【0015】本発明のろう材を用いることにより、870℃以上、900℃未満の温度でろう付けが可能となり、従来、チタンメガネフレームのろう付け後に発生していた割れ等の問題を解決することが出来、また、引張

試験で母材破断を示すほど十分な接合強度が得られるようになった。さらに、本発明のろう材の結晶化温度は、 $410^{\circ}\text{C}$ 以上と高いことから、より良好な性状で厚い箔の提供も可能になった。また、本発明のろう付け方法により、本発明のろう材においてTiおよびNbの量が決まれば、最適なろう付け温度の設定が可能となり、この方法に基づいてチタンをろう付けした場合、結晶粒の粗大化および針状 $\alpha$ 相の析出が起らず良好な接合が可能となった。

#### 【0016】

【実施例】以下に、本発明を実施例に基づいてさらに説明する。表1に示すように、各種のCu-Ti-Nb合金100gを、直径300mmの銅ロールからなる単ロール装置により板幅2mmの箔とした。なお、箔の板厚はロール表面速度を $12\text{m/s}$ 、 $18\text{m/s}$ および $25\text{m/s}$ の3水準とすることにより、目標板厚をそれぞれ $150\mu\text{m}$ 、 $90\mu\text{m}$ 、 $60\mu\text{m}$ として鑄造した。鑄造条件は、噴出圧が $0.2\text{Kg/cm}^2$ 、鑄造雰囲気はヘリウムガス中とした。

【0017】このようにして準備したCu-Ti-Nbろう材について、DTAおよびDSCを用いてそれぞれ融点および結晶化温度を測定した。さらに、これらのCu-Ti-Nbろう材のろう付け性を評価するために、実際にこれらのろう材を用いてろう付け実験を行った。ろう付けに用いたチタンは、JISII種の純チタンとチタン合金(Ti-6%Al-4%V合金)の2種類で、

いずれも直径が6mmの丸棒とした。長さ100mmのこの丸棒を上下に1本ずつ配し、これらの丸棒間に予め直径6mmの円形としたろう材を挿入してこれらの丸棒に上方から500gの荷重をかけて固定した。そして、ろう材を挿入した箇所をヒーターで所定の温度まで30秒かけて昇温した。所定の温度に達してからの保持時間は、10秒間、30秒の2水準とした。なお、ろう付け温度は、前記関係式から算出し、また、ろう付け時間は、昇温時間と保持時間の総計とした。

10 【0018】その後、接合した丸棒サンプルについて、引張試験および光学顕微鏡による接合部付近の組織観察を行った。引張試験による接合強度の測定については、母材破断か接合部破断かを調べることによって接合強度を評価した。また、組織観察の結果、すべてのサンプルで粗大結晶粒はほとんど検出されず、針状 $\alpha$ 相も検出されなかった。

20 【0019】一方、比較例として、従来のTi-Cu-Niろう材を用いて同様のろう付け実験を行い、同様の要領でろう付け性を評価し、接合部付近の組織観察を行った。但し、ろう付け温度は融点より $20^{\circ}\text{C}$ ~ $30^{\circ}\text{C}$ だけ高くし、ろう付け時間は5分とした。ろう付け性に関する結果は、表1中に示す。また、組織観察の結果、すべてのサンプルでろう付け部付近の結晶粒は粗大化しており、針状 $\alpha$ 相も検出された。

#### 【0020】

【表1】

第1表 各種ろう材合金とろう付け条件および評価結果

| サ<br>ン<br>プ<br>ル<br><br>No. |    | 合 金 成 分<br>(質量%, No<br>15は原子%)                             | 箔の<br>板厚<br><br>μm | 融点<br><br>℃ | 結晶<br>化温<br>度℃ | ろう付条件   |                      | 評 価 結 果<br>(破 断<br>状 況) |
|-----------------------------|----|--|--------------------|-------------|----------------|---------|----------------------|-------------------------|
|                             |    |  |                    |             |                | 母材材質    | 温 度<br>時 間<br>(℃, 秒) |                         |
| 実<br>施<br>例                 | 1  | Cu-22Ti-3Nb  | 82                 | 883         | 414            | JIS 11種 | 892. 60              | 母材破断                    |
|                             | 2  | Cu-26Ti-2Nb  | 87                 | 879         | 417            | JIS 11種 | 888. 40              | 母材破断                    |
|                             | 3  | Cu-26Ti-2Nb  | 87                 | 879         | 417            | チタ合金    | 888. 40              | 母材破断                    |
|                             | 4  | Cu-26Ti-8Nb  | 88                 | 878         | 418            | JIS 11種 | 888. 40              | 母材破断                    |
|                             | 5  | Cu-26Ti-8Nb  | 146                | 878         | 418            | JIS 11種 | 888. 40              | 母材破断                    |
|                             | 6  | Cu-28Ti-5Nb  | 90                 | 862         | 425            | JIS 11種 | 870. 40              | 母材破断                    |
|                             | 7  | Cu-28Ti-5Nb  | 90                 | 862         | 425            | チタ合金    | 870. 40              | 母材破断                    |
|                             | 8  | Cu-28Ti-5Nb  | 151                | 862         | 425            | JIS 11種 | 870. 40              | 母材破断                    |
|                             | 9  | Cu-32Ti-10Nb   | 61                 | 883         | 415            | JIS 11種 | 892. 40              | 母材破断                    |
|                             | 10 | Cu-35Ti-2Nb  | 64                 | 888         | 412            | JIS 11種 | 897. 60              | 母材破断                    |
|                             | 11 | Cu-35Ti-2Nb  | 64                 | 888         | 412            | チタ合金    | 897. 60              | 母材破断                    |
|                             | 12 | Cu-35Ti-8Nb  | 62                 | 887         | 411            | JIS 11種 | 897. 60              | 母材破断                    |
| 比<br>較<br>例                 | 13 | Ti-15Cu-15Ni   | 100                | 976         | -              | JIS 11種 | 1006.800             | 接合部破断                   |
|                             | 14 | Ti-20Cu-15Ti   | 100                | 950         | -              | JIS 11種 | 980.800              | 接合部破断                   |
|                             | 15 | Ti-Cu <sub>18</sub> -Ni <sub>22</sub><br>-Zr <sub>20</sub> | 39                 | 840         | -              | JIS 11種 | 860.800              | 接合部破断                   |

【0021】表1に示す結果からわかるように、本発明のろう材を用いてろう付けすると900℃未満の温度でかつ、スーパーヒートを10℃前後と小さくしてろう付けしても、すべてのサンプルで母材破断を示す程ろう付け性が良好であった。また、本発明のろう付け方法により、適切なろう付け温度の設定が可能になり、良好なろう付けが可能になった。一方、従来のTi-Cu-Niろう材を用いた場合、900℃以上の温度でろう付けしなければならず、900℃以上の温度とすると、結晶粒の粗大化や針状 $\alpha$ 相の析出が起こるので、接合強度は低く、良好なろう付けは出来なかった。また、従来のTi-Cu-Ni-Zrろう材を用いて870℃未満の温度でろう付けしたが、接合強度は低く、接合部付近で粗大化した結晶粒や針状 $\alpha$ 相が検出された。従来のろう材の

場合、ろう付け時間も長くなり、生産性を考えると好ましくないことがわかった。

## 【0022】

【発明の効果】本発明のCu-Ti-Nbろう材は、従来のろう材に比べて融点が低く、チタンの変態温度である900℃よりも低い温度でのろう付けを可能にしたことから、チタンメガネフレームのろう付け時に割れ等の欠陥の発生を抑制できチタンメガネフレームの製造歩留を著しく向上できる。また、本発明のろう付け方法により、適切なろう付け温度の設定が可能になり、接合不良等のトラブルの発生を少なくし、メガネフレームの製造ばかりでなく、いろいろなチタン利用分野でのろう付けにおける製造歩留を向上できる。

フロントページの続き

(72)発明者 田 中 新

福岡県北九州市戸畑区飛幡町1番1号 新  
日本製鐵株式会社八幡製鐵所内